



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년01월14일
(11) 등록번호 10-1913040
(24) 등록일자 2018년10월23일

- | | |
|--|--|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01F 41/22 (2006.01) H01F 10/24 (2006.01)
H01L 35/12 (2006.01) H01L 35/34 (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류
H01F 41/22 (2013.01)
H01F 10/24 (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2017-0091474</p> <p>(22) 출원일자 2017년07월19일
심사청구일자 2017년07월19일</p> <p>(56) 선행기술조사문헌
JP2014209594 A*</p> <p>*는 심사관에 의하여 인용된 문헌</p> | <p>(73) 특허권자
울산과학기술원
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50</p> <p>(72) 발명자
이기석
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50
장민선
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50
옥혜진
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50</p> <p>(74) 대리인
특허법인 무한</p> |
|--|--|

전체 청구항 수 : 총 11 항

심사관 : 하은주

(54) 발명의 명칭 자성 재료 및 플렉시블 복합 재료의 제조방법 및 그를 이용하여 제조된 플렉시블 복합 재료

(57) 요약

본 발명은 자성 재료 및 플렉시블 복합 재료의 제조방법과 그를 이용하여 제조할 수 있는 플렉시블 복합 재료에 관한 것으로서, 본 발명의 자성 재료의 제조방법은, 산성 용매에 하나 이상의 금속 전구체를 투여하고 졸-겔(sol-gel)법에 의해 고상 자성 재료를 형성하는 단계; 상기 고상 자성 재료를 1차 분쇄하는 단계; 상기 1차 분쇄된 자성 재료를 1차 프레스하는 단계; 상기 1차 프레스된 자성 재료를 2차 분쇄하는 단계; 상기 2차 분쇄된 자성 재료를 1차 열처리하는 단계; 상기 1차 열처리된 자성 재료를 3차 분쇄하는 단계; 상기 3차 분쇄된 자성 재료를 2차 프레스하는 단계; 상기 2차 프레스한 자성 재료를 4차 분쇄하는 단계; 및 상기 4차 분쇄된 자성 재료를 2차 열처리하는 단계; 상기 2차 열처리된 자성 재료를 5차 분쇄하는 단계; 상기 5차 분쇄된 자성 재료를 3차 프레스하는 단계; 상기 3차 프레스한 자성 재료를 6차 분쇄하는 단계를 포함하는 것이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

H01L 35/12 (2013.01)

H01L 35/34 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1711056869

부처명 과학기술정보통신부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 개인기초연구(미래부)

연구과제명 스핀 스커미온의 동적 거동에 대한 기초 이해와 이를 이용한 신개념의 Beyond CMOS 기반기

술

기 여 율 1/2

주관기관 울산과학기술원

연구기간 2017.07.01 ~ 2018.06.30

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1711057425

부처명 과학기술정보통신부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 집단연구지원

연구과제명 응집계의 비평형 양자 동역학 연구

기 여 율 1/2

주관기관 울산과학기술원

연구기간 2017.06.01 ~ 2018.02.28

공지예외적용 : 있음

명세서

청구범위

청구항 1

산성 용매에 하나 이상의 금속 전구체를 투여하고 졸-겔(sol-gel)법에 의해 고상 자성 재료를 형성하는 단계;
상기 고상 자성 재료를 1차 분쇄하는 단계;
상기 1차 분쇄된 자성 재료를 1차 프레싱하는 단계;
상기 1차 프레싱한 자성 재료를 2차 분쇄하는 단계;
상기 2차 분쇄된 자성 재료를 1차 열처리하는 단계;
상기 1차 열처리된 자성 재료를 3차 분쇄하는 단계;
상기 3차 분쇄된 자성 재료를 2차 프레싱하는 단계;
상기 2차 프레싱한 자성 재료를 4차 분쇄하는 단계;
상기 4차 분쇄된 자성 재료를 2차 열처리하는 단계;
상기 2차 열처리된 자성 재료를 5차 분쇄하는 단계;
상기 5차 분쇄된 자성 재료를 3차 프레싱하는 단계; 및
상기 3차 프레싱된 자성 재료를 6차 분쇄하는 단계;를 포함하는
자성 재료의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,
상기 금속 전구체는, 이트륨 전구체 및 철 전구체를 포함하는 것인,
자성 재료의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,
상기 산성 용매는 구연산(citric acid) 을 포함하는 것인,
자성 재료의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,
상기 1차 열처리하는 단계의 온도는 상기 2차 열처리하는 단계의 온도보다 낮은 것인,
자성 재료의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,
상기 1차 열처리하는 단계는 700 °C 내지 1000 °C 에서 하소(calcinations)하는 것이고,
상기 2차 열처리하는 단계는 1200 °C 내지 1600 °C 에서 소결(sintering)하는 것인,
자성 재료의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,
상기 1차 분쇄하는 단계, 상기 2차 분쇄하는 단계 및 상기 3차 분쇄하는 단계는, 각각, 2 μm 내지 12μm 이하의 입자 크기로 분쇄하는 것인,
자성 재료의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,
상기 금속 전구체는 YIG($Y_3Fe_5O_{12}$, Yttrium Iron Garnet)를 포함하는 것인,
자성 재료의 제조방법.

청구항 8

고분자와 자성 재료 파우더를 혼합하여 복합 재료를 형성하는 단계;
상기 복합 재료 내부의 기포를 제거하는 단계; 및
상기 기포가 제거된 복합 재료를 열처리하는 단계;를 포함하고,
상기 자성 재료 파우더는 제1항의 제조방법을 이용하여 제조된 자성 재료 파우더인 것인,
자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료의 제조방법.

청구항 9

삭제

청구항 10

제8항에 있어서,
상기 고분자와 상기 자성 재료 파우더의 중량비(or 몰비 or 부피비)는 1 : 1 내지 3 : 1 인 것인,
자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료의 제조방법.

청구항 11

제8항에 있어서,
상기 고분자는 PDMS(polydimethylsiloxane) 또는 PET를 포함하는 것인,

자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료의 제조방법.

청구항 12

고분자; 및 상기 고분자에 분산된 이트륨 및 철을 포함하는 자성 재료;를 포함하고,
상기 고분자와 상기 자성 재료 파우더의 중량비(or 몰비 or 부피비)는 1 : 1 내지 3 : 1 인 것이고,
상기 복합 재료는 제8항, 제10항 및 제11항 중 어느 한 항의 제조방법을 이용하여 제조된 것이고,
상기 복합 재료의 포화 자화(M_s)는 15 emu/g 이상이거나, 잔류 자화(M_r)는 0.50 emu/g 내지 1.5 emu/g이거나,
보자력(H_c)은 40 Oe 내지 45 Oe인 것인,
플렉시블 복합 재료.

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 자성 재료 및 플렉시블 복합 재료의 제조방법과 그를 이용하여 제조할 수 있는 플렉시블 복합 재료에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 최근, 지속 가능한 사회를 향한 환경·에너지 문제의 대처가 점차 중요해지고 있는 가운데, 열전 변환 소자의 기대가 높아지고 있다. 열은 체온, 태양광, 엔진, 공업 배열 등 다양한 매체로부터 얻을 수 있는 가장 일반적인 에너지원이기 때문이다. 그로 인해, 저탄소 사회에 있어서 에너지 이용의 효율성 증대, 유비쿼터스 단말기-센서 등에의 급전과 같은 용도에 있어, 열전 소자는 향후 점점 더 중요해질 것으로 예상된다.

[0004] 열전 소자의 구조로 종래에는 Bi-Te계 재료를 이용한 열전 반도체의 소결체를 가공-접합하여 열전대 모듈구조를 조립하는 벌크형 열전 변환 소자가 일반적이었지만, 최근에는 스피터 등으로 기판상에 열전 반도체 박막을 성막하여 모듈을 제작하는 박막형 열전 소자의 개발도 진행되어 주목 받고 있다.

[0005]

[0006] 한편, 최근에는, 외부 자기장이 형성된 자성 재료에 온도 구배를 인가하면, 스핀류 (spin current)흐름이 발생하는 스핀 제백 효과(spin Seebeck effect)가 발견되고 있다.

[0007] 이러한 열전 소자는 스피터링법으로 성막한 강자성 금속막과 금속 전극으로 구성될 수 있는 데, 이 구성에 의하면, 강자성 금속막 면에 평행 및 수직한 방향의 온도 구배를 부여하면, 스핀 제백 효과에 의해 온도 구배에 따른 방향으로 스핀류가 유기(誘起)된다. 이 유기된 스핀류는 강자성 금속에 접하는 금속 전극에 있어 역 스핀 홀 효과에 의해 전류로서 외부에 취출할 수 있다. 이에 의해 열로부터 전력을 취출하는 온도차 발전이 가능해진다.

[0008] 이 스핀 제백 효과를 이용하면, 열전대 모듈 구조를 사용한 종래형의 열전 변환 소자와 달리 복잡한 열전대 구조가 불필요하므로, 상기한 구조 패터닝에 관한 과제는 해결되어 저비용으로 대면적화가 용이한 박막 열전 소자가 얻어질 수 있다. 또한, 스핀 제백 효과를 이용한 열전 변환 소자에서는, 전기 전도 부분(전극)과 열전도 부분(자성체)을 독립적으로 설계할 수 있는 점에서, 전기 전도율이 크고(옴 손실이 작고) 열전도율이 작은(표면과 이면의 사이의 온도차를 유지하는 것이 가능한) 구조를 달성하는 것이 가능해 질 수 있다.

[0009] 이와 같은 이점이 있는 스핀 제백 효과를 효과적으로 구현할 수 있는 신개념 재료의 구현에 관한 필요가 대두되

있으며, 최근에는 재료를 플렉시블한 형태로 제조하는 연구에 대한 필요성 또한 존재해 왔다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0011] 본 발명의 목적은 상술한 필요에 부응하기 위하여 스핀 제백 효과의 구현이 가능한 자성 재료 및 플렉시블한 형태의 자성 재료를 포함하는 복합 재료의 제조방법을 제공하고, 그로부터 제조된 효과적인 자성 재료 및 복합 재료를 제공하기 위한 것이다.

과제의 해결 수단

- [0013] 본 발명의 자성 재료의 제조방법은, 산성 용매에 하나 이상의 금속 전구체를 투여하고 졸-겔(sol-gel)법에 의해 고상 자성 재료를 형성하는 단계; 상기 고상 자성 재료를 1차 분쇄하는 단계; 상기 1차 분쇄된 자성 재료를 1차 프레스하는 단계; 상기 1차 프레스한 자성 재료를 2차 분쇄하는 단계; 상기 2차 분쇄된 자성 재료를 1차 열처리하는 단계; 상기 1차 열처리된 자성 재료를 3차 분쇄하는 단계; 상기 3차 분쇄된 자성 재료를 2차 프레스하는 단계; 상기 2차 프레스한 자성 재료를 4차 분쇄하는 단계; 상기 4차 분쇄된 자성 재료를 2차 열처리하는 단계; 상기 2차 열처리된 자성 재료를 5차 분쇄하는 단계; 상기 5차 분쇄된 자성 재료를 3차 프레스하는 단계; 및 상기 3차 프레스된 자성 재료를 6차 분쇄하는 단계;를 포함하는 것이다.
- [0014] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 금속 전구체는, 이트륨 전구체 및 철 전구체를 포함하는 것일 수 있다.
- [0015] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 산성 용매는 구연산(citric acid)을 포함하는 것일 수 있다.
- [0016] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 1차 열처리하는 단계의 온도는 상기 2차 열처리하는 단계의 온도보다 낮은 것일 수 있다.
- [0017] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 1차 열처리하는 단계는 700 °C 내지 1000 °C 에서 하소(calcinations)하는 것이고, 상기 2차 열처리하는 단계는 1200 °C 내지 1600 °C 에서 소결(sintering)하는 것일 수 있다.
- [0018] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 1차 분쇄하는 단계, 상기 제2차 분쇄하는 단계 및 상기 제3차 분쇄하는 단계는, 각각, 2 μ m 내지 12 μ m 이하의 입자 크기로 분쇄하는 것일 수 있다.
- [0019] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 자성 재료는 YIG($Y_3Fe_5O_{12}$, Yttrium Iron Garnet)를 포함하는 것일 수 있다.
- [0021] 본 발명의 자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료의 제조방법은, 고분자와 자성 재료 파우더를 혼합하여 복합 재료를 형성하는 단계; 상기 복합 재료 내부의 기포를 제거하는 단계; 및 상기 기포가 제거된 복합 재료를 열처리하는 단계;를 포함한다.
- [0022] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 자성 재료 파우더는 본 발명의 일 실시예에 따르는 제조방법을 이용하여 제조된 자성 재료 파우더인 것일 수 있다.
- [0023] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 고분자와 상기 자성 재료 파우더의 중량비(or 몰비 or 부피비)는 1 : 1 내지 3 : 1 인 것을 알 수 있다.
- [0024] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 고분자는 PDMS(polydimethylsiloxane) 또는 PET를 포함하는 것일 수 있다.
- [0026] 본 발명의 자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료는 고분자; 및 상기 고분자에 분산된 이트륨 및 철을 포함하는 자성 재료;를 포함한다.
- [0027] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 고분자와 상기 자성 재료 파우더의 중량비(or 몰비 or 부피비)는 1 : 1 내지 3 : 1 인 것일 수 있다.
- [0028] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 복합 재료는 본 발명의 제조방법을 이용하여 제조된 것이고, 상기 복합 재료의 포화 자화(M_s)는 15 emu/g 이상이거나, 잔류 자화(M_r)는 0.50 emu/g 내지 1.5 emu/g이거나, 보자력(H_c)은 40 Oe 내지 45 Oe인 것일 수 있다.

발명의 효과

- [0030] 본 발명의 일 실시예에서 제공하는 자성 재료의 제조방법에 따르면 졸-겔법을 이용하여 간단한 방법으로 자성

재료를 제조할 수 있으며, 그로부터 제조된 자성 재료는 효과적으로 스핀 제백 효과의 구현이 가능하다. 자성 재료는, 예를 들어 웨어러블 기기에의 전원 공급 소자 또는 자동차의 주 동력원 또는 보조 동력원 등으로 이용할 수 있는 효과도 있다.

[0031] 본 발명의 다른 일 실시예에서 제공하는 자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료의 제조방법에 따르면, 자성 특징을 갖는 플렉시블 복합 재료를 다양한 형태로 간편하게 제조할 수 있는 효과가 있다. 또한, 본 발명의 자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료는 플렉시블한 형태로 제조한 경우에도 안정적으로 고유의 자성 특성을 구현할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0033] 도 1은, 본 발명의 일 실시예에서 제공하는 자성 재료의 제조방법의 각 단계공정을 나타내는 순서도이다.

도 2는, 본 발명의 일 실시예에서 제공하는 자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료의 제조방법의 각 단계 공정을 나타내는 순서도이다.

도 3은, 본 발명의 일 실시예에서 제공하는 자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료의 제조방법의 각 단계 공정의 수행 과정을 그림으로 나타내는 개략도이다.

도 4는, 본 발명의 비교예로서 제조된, 열처리를 하지 않은 복합 재료, 1차 열처리를 한 후의 복합재료 및 2차 열처리를 한 후의 복합재료를 나타내는 사진이다.

도 5a 및 도 5b는, 본 발명의 실시예에 따라서 제조된 플렉시블 복합 재료의 휘어짐을 테스트하는 사진이다.

도 6은, 본 발명의 실시예에 따라서 제조된 PDMS 고분자 및 YIG 성분을 포함하는 플렉시블 복합 재료와, 본 발명의 비교예로서 PDMS 고분자를 포함하지 않는 것을 제외하면 동일한 YIG 성분으로 플렉시블하지 않도록 제조된 자성 재료 간의 자성 특성을 비교하기 위한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0034] 이하에서, 첨부된 도면을 참조하여 실시예들을 상세하게 설명한다.

[0035] 아래 설명하는 실시예들에는 다양한 변경이 가해질 수 있다. 아래 설명하는 실시예들은 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 이들에 대한 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

[0036] 실시예에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 실시예를 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 명세서에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서 상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성 요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성 요소, 부품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

[0037] 다르게 정의되지 않는 한, 기술적이거나 과학적인 용어를 포함해서 여기서 사용되는 모든 용어들은 실시예가 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 일반적으로 이해되는 것과 동일한 의미를 가지고 있다. 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 것과 같은 용어들은 관련 기술의 문맥 상 가지는 의미와 일치하는 의미를 가지는 것으로 해석되어야 하며, 본 출원에서 명백하게 정의하지 않는 한, 이상적이거나 과도하게 형식적인 의미로 해석되지 않는다.

[0038] 또한, 첨부 도면을 참조하여 설명함에 있어, 도면 부호에 관계없이 동일한 구성 요소는 동일한 참조 부호를 부여하고 이에 대한 중복되는 설명은 생략하기로 한다. 실시예를 설명함에 있어서 관련된 공지 기술에 대한 구체적인 설명이 실시예의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우 그 상세한 설명을 생략한다.

[0040] 도 1은, 본 발명의 일 실시예에서 제공하는 자성 재료의 제조방법의 각 단계공정을 나타내는 순서도이다. 아래에서는 도 1을 참조하여, 본 발명의 자성 재료의 제조방법 각 단계의 공정에 대해 상세히 설명한다.

[0042] 본 발명의 자성 재료의 제조방법은, 산성 용매에 하나 이상의 금속 전구체를 투여하고 졸-겔(sol-gel)법에 의해 고상 자성 재료를 형성하는 단계; 상기 고상 자성 재료를 1차 분쇄하는 단계; 상기 1차 분쇄된 자성 재료를 1차 프레싱하는 단계; 상기 1차 프레싱한 자성 재료를 2차 분쇄하는 단계; 상기 2차 분쇄된 자성 재료를 1차 열처리하는 단계; 상기 1차 열처리된 자성 재료를 3차 분쇄하는 단계; 상기 3차 분쇄된 자성 재료를 2차 프레싱하는 단계; 상기 2차 프레싱한 자성 재료를 4차 분쇄하는 단계; 상기 4차 분쇄된 자성 재료를 2차 열처리하는 단계;

상기 2차 열처리된 자성 재료를 5차 분쇄하는 단계; 상기 5차 분쇄된 자성 재료를 3차 프레싱하는 단계; 및 상기 3차 프레싱된 자성 재료를 6차 분쇄하는 단계;를 포함하는 것이다.

[0043] 상기 금속 전구체로부터 형성되는 자성 재료는 온도 구배에 의해 스핀 지백 효과를 나타내는 물질을 포함할 수 있다. 예를 들어 YIG(Yttrium Iron Garnet)과 같은 물질을 포함할 수 있다.

[0044] 본 발명의 자성 재료는 금속 전구체를 졸겔법에 의해 고상으로 형성하는 단계를 포함한다. 이 때, 졸겔법이란 가수분해 또는 탈수축합에 의해서 얻어진 수집, 수백 mm의 콜로이드(colloid) 입자가 액체 중에 분산된 졸(sol)의 화염가수분해에서 얻어진 실리카 미립자 등을 액체에 분산시켜 졸(sol)에서 콜로이드 입자의 응집, 응결에 의해서 졸(sol)의 유동성이 손실되어 다공체의 겔(gel)로 되는 반응을 의미한다.

[0045] 여기서, 졸(sol)은 반응물 염이 녹은 용액으로 일반적으로 1 내지 1000 nm 정도의 입자들로 이루어져 있으며, 콜로이드(입자 겔)나 고체무기물 단분자(중합 겔)가 분산되어 있는 현탁액을 의미한다. 이 현탁액은 인력이나 중력의 작용이 무시할 정도로 작아 반데르발스 인력이나 표면전하가 주로 작용하여 침전이 발생하지 않고 분산된 콜로이드 형태를 가질 수 있다. 콜로이드를 형성하기 위한 상기 금속 전구체는 다양한 반응성 배위체로 감싸진 금속을 포함할 수 있으며, 이렇게 형성된 졸은 그 분산매인 용매의 제거에 의해 겔로 전이될 수 있다.

[0046] 또한, 겔(gel)은 졸(sol)의 반응이 지속되면서 분산된 고체 분자들이 고분자화 되면서 연속적인 고체 망목 구조를 형성하여 유동성을 잃은 상태로 졸과는 달리 유동성이 상실된 겔을 적절하게 열처리하면 단단한 고상 재료를 제조할 수 있게 된다.

[0048] 이 때, 본 발명의 자성 재료의 제조방법에 따르는 중요한 특징은, 복수 회의 열처리 단계를 수행하면서, 각 열처리 단계 전에 자성 재료를 분쇄하는 단계를 반복하여 포함하는 것이다. 즉, 본 발명의 일 예에 따르면 자성 재료를 1차 열처리하는 단계 전에 자성 재료를 1차 분쇄하는 단계를 포함하며, 자성 재료를 2차 열처리하는 단계 전에 자성 재료를 2차 분쇄하는 단계를 포함할 수 있다. 본 발명의 일 예에서 상기 열처리 단계와 그 전에 수행되는 분쇄하는 단계는, 하나의 세트로 구성되어 복수 회 수행될 수 있다. 예를 들어, 2차 열처리하는 단계 후에 자성 재료를 4차 분쇄하는 단계를 더 포함할 수 있고, 자성 재료를 4차 분쇄하는 단계 후에 자성 재료를 3차 열처리하는 단계를 포함할 수 있다.

[0050] 또한, 본 발명의 자성 재료의 제조방법에 따르는 또 다른 중요한 특징은, 적어도 두 차례의 열처리 하는 단계 사이에 자성 재료를 분쇄하고 프레싱한 후 다시 자성 재료를 분쇄하는 과정을 연속적으로 수행하는 것이다. 이러한 분쇄 후 프레싱 및 재분쇄 과정은 한 회 수행될 수도 있으며, 상기 세 과정을 한 세트로 하여 복수 세트 수행될 수도 있다. 이와 같이 열처리하는 단계 사이에 분쇄하고 프레싱한 후 다시 분쇄하는 과정을 포함함으로써, 제조되는 자성 재료가 높은 밀도로 결정화되고 자성 특성이 향상되는 효과 및 자화값이 증가하는 효과가 발생하게 된다.

[0052] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 금속 전구체는, 이트륨 전구체 및 철 전구체를 포함하는 것일 수 있다.

[0053] 일 예로서, 상기 이트륨 전구체는 $Y(NO_3)_3$ 을 포함할 수 있다. 일 예로서, 상기 철 전구체는, $Fe(NO_3)_3$ 을 포함할 수 있다.

[0055] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 산성 용매는 구연산(citric acid)을 포함하는 것일 수 있다. 상기 용매를 산성으로 제조함으로써 별도의 촉매제를 사용하지 않고도, 즉 촉매제들의 응축반응에 의한 부작용 없이 빠른 가수분해 반응 속도를 구현할 수 있다.

[0057] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 1차 열처리하는 단계의 온도는 상기 2차 열처리하는 단계의 온도보다 낮은 것일 수 있다.

[0058] 본 발명의 또 하나의 중요한 특징적 구성은 복수 차의 열처리하는 단계들을 포함하면서 전 회차의 열처리 단계보다 후 회차의 열처리 단계의 온도가 더 높은 것일 수 있다. 점차 온도를 높여가며 복수 회차의 열처리 단계를 수행하면서 본 발명의 자성 재료는 소결작용에 의한 미세조직의 조대화가 가능하고, 이는 보자력 및 자화값에 영향을 미치게 되고, 결과적으로 미세조직의 크기-자성 특성값 향상의 효과를 기대할 수 있다. 이 때, 예를 들어 3차 열처리하는 단계를 추가적으로 포함할 경우, 3차 열처리하는 단계는 상기 2차 열처리하는 단계의 온도보다 높은 온도에서 수행되는 것일 수 있다. 본 발명에서 각 열처리하는 단계의 온도는 해당 회차의 열처리하는 단계가 수행되는 평균 온도를 의미하는 것일 수 있다.

[0060] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 1차 열처리하는 단계는 700 °C 내지 1000 °C 에서 하소(calcinations)하는

것이고, 상기 2차 열처리하는 단계는 1200 ℃ 내지 1600 ℃ 에서 소결(sintering)하는 것일 수 있다.

- [0061] 이 때, 1차 열처리하는 단계의 목적은 복합 재료를 치밀하게 결정화하기 위함이며, 2차 열처리하는 단계의 목적은 복합 재료의 자성 특성을 보다 향상시키기 위함이다.
- [0062] 이 때, 하소란 어떤 물질을 고온으로 가열하여 휘발 성분의 일부 또는 전부를 열처리함으로써 제거하는 과정을 의미하며, 소결은 적절한 정도로 가압 성형한 것을 열처리함으로써 서로 단단히 밀착하여 고결시키는 과정을 의미한다.
- [0063] 상기 1차 열처리하는 단계의 온도가 700 ℃ 미만일 경우, 결정화가 진행되지않는 문제가 발생할 수 있다.
- [0065] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 1차 분쇄하는 단계, 상기 제2차 분쇄하는 단계 및 상기 제3차 분쇄하는 단계는, 각각, 2 μm 내지 12 μm 의 입자 크기로 분쇄하는 것일 수 있다.
- [0066] 상기 각각의 분쇄하는 단계에서 입자의 크기를 2 μm 내지 12 μm 의 미세 입자로 형성하여 입자 간에 공공을 줄여 고밀도를 달성하여 자성 특성의 향상 효과를 기대할 수 있다.
- [0067] 이 때, 입자를 분쇄하는 단계에서 사용되는 장치는 입자를 미세하게 분쇄할 수 있는 것이라면 본 발명에서 특별히 한정하지 아니하나, 다양한 밀링 장치를 이용할 수 있다.
- [0069] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 자성 재료는 YIG($\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$, Yttrium Iron Garnet)를 포함하는 것일 수 있다.
- [0071] 도 2는, 본 발명의 일 실시예에서 제공하는 자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료의 제조방법의 각 단계 공정을 나타내는 순서도이다.
- [0072] 도 3은, 본 발명의 일 실시예에서 제공하는 자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료의 제조방법의 각 단계 공정의 수행 과정을 그림으로 나타내는 개략도이다.
- [0073] 아래에서는 도 2 및 도 3의 각 단계의 공정을 참조하여 본 발명의 다른 일 측면에서 제공하는 자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료의 제조방법에 대해서 설명한다.
- [0075] 본 발명의 자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료의 제조방법은, 고분자와 자성 재료 파우더를 혼합하여 복합 재료를 형성하는 단계; 상기 복합 재료 내부의 기포를 제거하는 단계; 및 상기 기포가 제거된 복합 재료를 열처리하는 단계;를 포함한다.
- [0076] 본 발명의 플렉시블 복합 재료는 우수한 자성 특성을 보유하는 플렉시블한 소재를 제공하는 것에 기술적 특징이 있으며, 본 발명의 복합 재료에서 플렉시블한 재료의 특징은 고분자 소재로부터 구현될 수 있다. 즉, 플렉시블한 특징을 구현하게 될 고분자 재료와 자성 특성을 보유한 자성 재료 파우더를 혼합하고 열처리하여 본 발명에서 제공하는 플렉시블 복합 재료를 형성할 수 있다.
- [0077] 본 발명의 일 측면에 따르면, 자성 재료를 파우더 재질로 형성하여 고분자와 혼합하는 단계를 포함할 수 있다. 액상 또는 콜로이드 상 등의 재질의 자성 재료는 효과적으로 자성 특성을 구현하지 못할 수 있다.
- [0078] 이 때, 본 발명의 일 측면에 따르면, 고분자와 자성 재료 파우더를 혼합하는 단계와 열처리하는 단계 사이에 복합 재료 내부의 기포를 제거하는 단계를 포함할 수 있다. 일 예로서 복합 재료 내부의 기포를 제거하는 단계에서, 진공 펌프를 이용하여 내부에 포함된 기포를 제거할 수 있다.
- [0079] 본 발명의 일 예로서 상기 기포가 제거된 복합 재료를 열처리하는 단계는, 50 ℃ 내지 100 ℃ 의 오븐에서 10 내지 72 시간 동안 수행되는 것일 수 있다.
- [0081] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 자성 재료 파우더는 본 발명의 일 실시예에 따르는 제조방법을 이용하여 제조된 자성 재료 파우더인 것일 수 있다.
- [0082] 상술한 본 발명의 일 실시예에 따르는 제조방법을 이용해서 제조된 자성 재료를 이용함으로써, 플렉시블한 고분자와 혼합되어도 우수한 자성 특성이 구현되는 플렉시블 복합 재료를 제조할 수 있다.
- [0084] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 고분자와 상기 자성 재료 파우더의 중량비(or 몰비 or 부피비)는 1 : 1 내지 3 : 1인 것일 수 있다.
- [0085] 상기 고분자와 상기 자성 재료 파우더의 중량비가 1 : 1 미만일 경우 자성 재료의 양이 부족해서 자성 특성이 낮아 효과적인 자성을 구현하는 재료의 제조가 어려울 수 있고, 3 : 1을 초과할 경우 플렉시블한 특성이 부족하

여, 효과적인 굽힘 특성의 구현이 어려운 문제가 생길 수 있고, 자성 값이 감소하는 문제가 있을 수 있다.

- [0087] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 고분자는 PDMS(polydimethylsiloxane), 또는 PET 를 포함하는 것일 수 있다.
- [0088] 본 발명에서 상기 고분자는 자성 재료 파우더와 잘 혼합될 수 있는 성분일 수 있고, 플렉시블한 특성을 구현할 수 있는 소재라면 특별히 한정하지 않으나, 일 예로서 상기 고분자는 PDMS(polydimethylsiloxane) 또는 PET 를 포함할 수 있다.
- [0089] 본 발명의 또 다른 일 측면에서는 자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료를 제공한다. 본 발명의 일 측면에서 제공하는 플렉시블 복합 재료는 플렉시블한 특징에도 불구하고 우수한 자성 특성을 그대로 유지할 수 있는 효과가 있다.
- [0091] 본 발명의 자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료는 고분자; 및 상기 고분자에 분산된 이트륨 및 철을 포함하는 자성 재료;를 포함한다. 일 예로서, 상기 이트륨은 $Y(NO_3)_3$ 로부터 도입되는 것일 수 있다. 일 예로서, 상기 철은, $Fe(NO_3)_3$ 로부터 도입되는 것일 수 있다. 본 발명의 자성 재료는 일 예로서 예를 들어 YIG(Yttrium Iron Garnet)과 같은 물질을 포함할 수 있다.
- [0093] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 고분자와 상기 자성 재료 파우더의 중량비(or 몰비 or 부피비)는 1 : 1 내지 3 : 1 인 것일 수 있다.
- [0095] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 복합 재료는 제8항 내지 제11항 중 어느 한 항의 제조방법을 이용하여 제조된 것이고, 상기 복합 재료의 포화 자화(M_s)는 2.7 emu/g 이상이거나, 잔류 자화(M_r)는 0.050 emu/g 내지 0.060 emu/g이거나, 보자력(H_c)은 40 Oe 내지 45 Oe인 것일 수 있다.
- [0096] 또한, 본 발명의 일 예로서 상기 복합 재료는, 상기 복합 재료의 포화 자화(M_s)는 15 emu/g 이상이거나, 잔류 자화(M_r)는 0.50 emu/g 내지 1.5 emu/g이거나, 보자력(H_c)은 40 Oe 내지 45 Oe인 것일 수 있다.
- [0098] **실시예**
- [0099] 본 발명의 실시예로서, 금속 전구체 중 이트륨 전구체로서 $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 99.99% 를, 철 전구체로서 $Fe(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 99.99% 를 선택하고, 3 : 5의 중량비로 시트르산 용매가 담긴 비이커에 넣은 후, 혼합기(stirrer)를 이용하여 혼합하였다.
- [0100] 이 후, 액상 재료를 졸겔법에 의해 이트륨 및 철을 포함하는 YIG 성분의 고상 자성 재료 파우더로 형성하였다.
- [0102] 마노유사발을 이용하여 5 μm 평균 입도 크기로 1차 분쇄하고 프레스링 장치를 이용하여 150 MPa에서 5분 동안 1차 기계적 프레스를 하였다. 3시간 후 마노유 사발을 이용하여 2차 분쇄하고, 850 $^{\circ}C$ 온도에서 하소(calcination)하여 1차 열처리를 수행하였다. 1차 열처리 후, 마노유사발을 이용하여 3차 분쇄를 하고, 프레스링 장치를 이용하여 150 MPa에서 5분 동안 2차 기계적 프레스를 하였다. 3시간 후 마노유 사발을 이용하여 4차 분쇄하고, 1400 $^{\circ}C$ 온도에서 소결(sintering)하여 2차 열처리를 수행하였다. 2차 열처리된 자성 재료를 마노유 사발을 이용하여 5차 분쇄하고, 다시 프레스링 장치를 이용하여 150 MPa에서 5분 동안 3차 기계적 프레스를 하였다. 3 시간 후 마노유 사발을 이용하여 6차 분쇄하여 자성 재료를 제조하였다.
- [0103] . 이후 본 발명의 자성 재료를 포함하는 복합 재료를 형성하기 위해, 상기 고상 자성 재료 파우더와 PDMS 고분자를 상온에서 패트리디쉬를 이용하여 혼합하고, 70도 오븐에서 72시간 열처리를 진행하였다.
- [0105] 상술한 본 발명의 실시예와 비교하기 위하여, 비교예로서 졸겔법을 수행하지 않아서 액상의 자성 재료를 PDMS와 혼합한 것을 제외하면 동일한 방법으로 형성된 비교예의 복합 재료를 제조하였다.
- [0106] 도 4는, 본 발명의 비교예로서 제조된, 열처리를 하지 않은 복합 재료, 1차 열처리를 한 후의 복합재료 및 2차 열처리를 한 후의 복합재료를 나타내는 사진이다.
- [0107] 본 발명의 비교예로서 열처리를 하지 않은 복합 재료는 플렉시블 특성 및 높은 자성 특성을 보유한 복합 재료로 제조하기 적절하지 않은 특징을 확인할 수 있었고, 1차 및 2차 열처리를 통하여 상기 특성이 향상되는 것을 확인할 수 있었다.
- [0109] 도 5a 및 도 5b는, 본 발명의 실시예에 따라서 제조된 플렉시블 복합 재료의 휘어짐을 테스트하는 사진이다.
- [0110] 반면, 본 발명의 실시예에 따라서 제조된 자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료는 충분히 유연하게 휘어지

는 특성을 가지면서도 우수한 자성 특성이 구현됨을 확인할 수 있었다.

[0112] 상술한 본 발명의 실시예인 자성 재료를 포함하는 플렉시블 복합 재료의 자성 특성을 보다 구체적으로 확인하기 위하여, 실시예에서 제조한 YIG 성분의 고상 자성 재료 파우더를 이용하여 플렉시블하지 않은 고체 자성 재료를 형성하고 본 발명의 실시예와 그 자성 특성을 비교해 보았다.

[0113] 도 6은, 본 발명의 실시예에 따라서 제조된 PDMS 고분자 및 YIG 성분을 포함하는 플렉시블 복합 재료와, 본 발명의 비교예로서 PDMS 고분자를 포함하지 않는 것을 제외하면 동일한 YIG 성분으로 플렉시블하지 않도록 제조된 자성 재료 간의 자성 특성을 비교하기 위한 그래프이다.

[0114] 아래의 표 1은, 본 발명의 실시예에 따라서 제조된 PDMS 고분자 및 YIG 성분을 포함하는 플렉시블 복합 재료와, 본 발명의 비교예로서 PDMS 고분자를 포함하지 않는 것을 제외하면 동일한 YIG 성분으로 플렉시블하지 않도록 제조된 자성 재료 간의 여러 가지 자성 특성을 비교한 값을 나타내는 표이다.

표 1

[0116]	샘플	Ms(emu/g)	Mr(emu/g)	Hc(Oe)	Mr/Ms
	실시예	15.87	0.98	41	0.061
	비교예	20.22	1.28	41	0.063

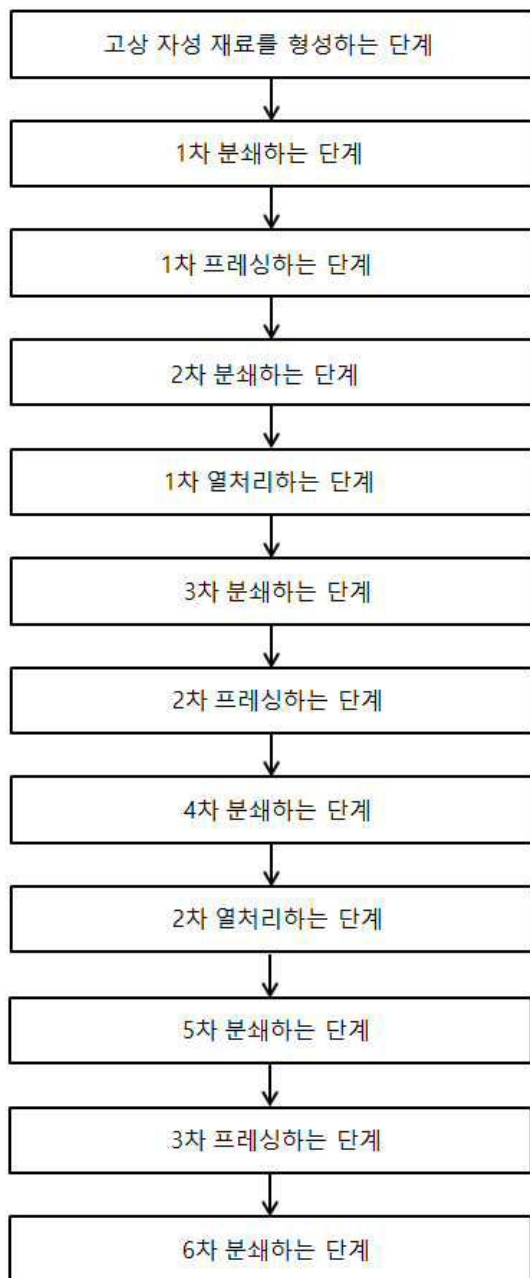
[0118] 본 발명의 실시예의 경우, 플렉시블한 복합 재료로서 PDMS 고분자와 혼합되어 형성되었음에도 YIG 성분만으로 제조된 자성 재료와 완전히 대등한 수준의 우수한 자성 특성을 나타내는 것을 확인할 수 있었다.

[0120] 이상과 같이 실시예들이 비록 한정된 실시예와 도면에 의해 설명되었으나, 해당 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 상기의 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다. 예를 들어, 설명된 기술들이 설명된 방법과 다른 순서로 수행되거나, 및/또는 설명된 구성요소들이 설명된 방법과 다른 형태로 결합 또는 조합되거나, 다른 구성요소 또는 균등물에 의하여 대치되거나 치환되더라도 적절한 결과가 달성될 수 있다.

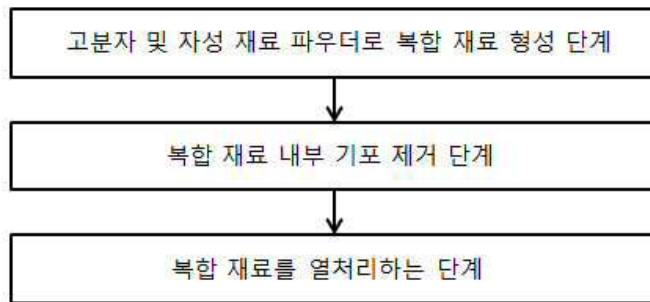
[0121] 그러므로, 다른 구현들, 다른 실시예들 및 특허청구범위와 균등한 것들도 후술하는 특허청구범위의 범위에 속한다.

도면

도면1



도면2



도면3



도면4



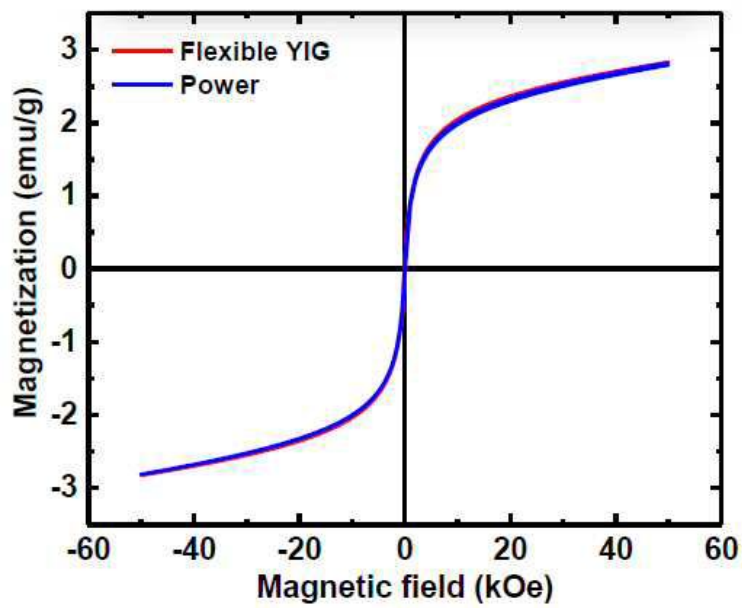
도면5a



도면5b



도면6



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 6

【변경전】

상기 제2차 분쇄하는 단계 및 상기 제3차 분쇄하는 단계

【변경후】

상기 2차 분쇄하는 단계 및 상기 3차 분쇄하는 단계